

10/509619

Mod. C.E. - 14-7

10 Rec'd PCT

EPD2/08698 29 SEP 2004

REGISTRAZIONE  
C.O.A. 100



# Ministero delle Attività Produttive

Direzione Generale per lo Sviluppo Produttivo e la Competitività  
Ufficio Italiano Brevetti e Marchi

Ufficio G2

REC'D 11 OCT 2002

WIPO PCT

Autenticazione di copia di documenti relativi alla domanda di brevetto per:

Invenzione Industriale

N.

BG2002 A 000011

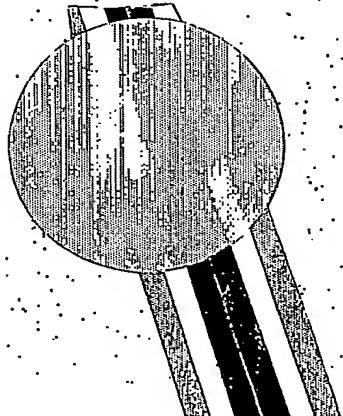


Si dichiara che l'unità copia è conforme ai documenti originali depositati con la domanda di brevetto sopraspecificata, i cui dati risultano dall'accleso processo verbale di deposito.

**PRIORITY DOCUMENT**  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH  
RULE 17.1(a) OR (b)

- 8 AGO. 2002

Roma, II



Il DIRIGENTE  
Elena Marinelli  
Sig.ra E. MARINELLI



## RIASSUNTO INVENZIONE CON DISEGNO PRINCIPALE

**NUERO DOMANDA**

Print. BG. 2002 A 00001

REG. A

**DATA DI DEPOSITO**

12.03.12002j

**DATA DI RILASCIO**

لیٹریلیٹریا

**A. RICHIEDENTE (II)**

**Denominazione** \_\_\_\_\_  
**Residenza** \_\_\_\_\_

**TITOLO**  
**ANALIZZATORE AUTOMATICO E RAPIDO DEL CONTENUTO DI ACETALDEIDE IN PRODOTTI DI PET,  
PARTICOLARMENTE PREFORME E SUO PROCEDIMENTO OPERATIVO.**

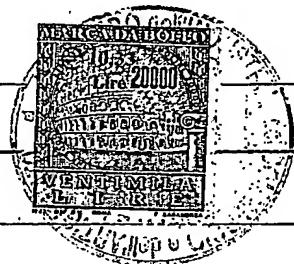
Classe proposta (sez./cl./scl.)

(gruppo/sottogruppo) : 11/1

## L. RIASSUNTO

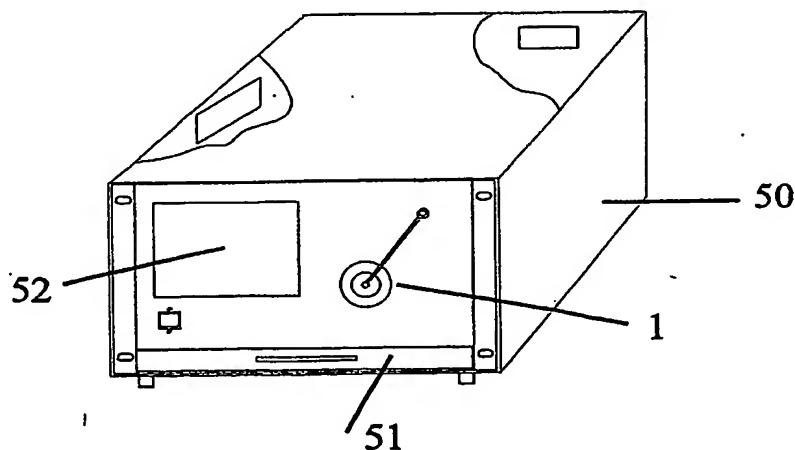
Questo analizzatore per l'estrazione e la determinazione automatica del contenuto di acetaldeide, particolarmente in campioni di preforma di PET, ha la particolarità di comprendere in combinazione:

- una cella di deassorbimento (1) in cui inserire il detto campione;
- una camera di analisi con colonna di separazione (16) ottimizzata per la separazione dell'acetaldeide;
- un complesso di valvole per la movimentazione dei fluidi all'interno del sistema;
- un sistema di rivelazione;
- mezzi di elaborazione e controllo dei dati;
- un involucro termostato in cui sono alloggiati i sopra indicati componenti.



## M. DISEGNO

FIG. 1



DR. ING. GIORGIO LUKSON  
N. 232 ALBO MANDATARI ABILITATI

Tom Kelley  
(per sé e per gli altri)



Descrizione di un'Invenzione Industriale a nome:  
MARABINI SILVIA residente in GRASSOBBIO (BG).

DESCRIZIONE

RP/mb/sr SA6681

Questa invenzione si riferisce ad un analizzatore automatico e rapido del contenuto di acetaldeide in prodotti di polietilentereftalato, particolarmente preforme.

Come è noto, la determinazione del contenuto di acetaldeide (AA) in preforme di polietilentereftalato (PET), in quanto indice di degradazione di esso PET, è ad oggi un test utilizzato come parametro per verificare la buona qualità del prodotto. L'approccio analitico prevede la preparazione del campione mediante macinazione criogenica della preforma e un'analisi gascromatografica con tecnica di spazio di testa.

Per ottenere dati significativi, si deve procedere a distillazione dello standard di acetaldeide, titolazione del distillato e preparazione di una serie di standard da utilizzarsi per costruire una retta di calibrazione esterna. E' indubbia la difficoltà nello standardizzare tutte le operazioni di cui sopra.

Infatti, molto spesso i dati caratterizzati da una buona ripetibilità (intra laboratorio), non sono riproducibili tra laboratorio e laboratorio, anche utilizzando la stessa procedura. Il fattore di preparazione del campione gioca un ruolo determinante.



Inoltre, a parte i costi che possono essere orientativamente considerati per la singola analisi di una preforma intorno agli 80 €, i tempi tecnici per eseguire la prova sono tali da consentire solo uno sporadico controllo di processo, considerando il numero di preforme prodotte in un normale impianto produttivo. Generalmente vengono eseguite da 1 a 3 misure al giorno per controllare una produzione media oraria di circa 15.000 preforme per pressa ad iniezione.

Secondo la tecnica anteriore, la determinazione dell'acetaldeide viene eseguita in un laboratorio chimico facendo uso di un sistema analitico generalmente composto da un campionatore a spazio di testa statico, abbinato ad un gascromatografo. Non solo, ma il campione deve essere preventivamente macinato, setacciato, e la preparazione dello standard di acetaldeide richiede personale e tecniche di laboratorio (titolazioni, preparazione standard di riferimento, eccetera..). Alla fine o durante la produzione di preforme, viene prelevato un campione che viene inviato al laboratorio. Dal laboratorio il risultato dell'analisi giunge con tempi che non sono compatibili con i tempi di produzione.

Oltre ai costi elevati che da ciò consegue, la mancata disponibilità in tempo reale dei risultati delle analisi porta



spesso a scarti di grandi quantità di prodotto.

Scopo della presente invenzione è quello di aumentare il controllo del processo di produzione delle preforme di PET riducendo tempi e costi dell'analisi.

Altro scopo è quello di creare un sistema capace di eseguire un test di AA in meno di trenta minuti e, soprattutto, di renderlo eseguibile anche sugli impianti produttivi, non dovendo ricorrere a laboratori e tecnici specializzati.

Altro scopo della presente invenzione è quello di eliminare gli inconvenienti e le limitazioni sopra citate.

Altro scopo è quello di definire un analizzatore che possa essere impiegato direttamente in reparti di produzione di oggetti in PET.

Questi ed altri scopi appariranno come raggiunti da un analizzatore automatico e rapido del contenuto di acetaldeide in preforme di PET avente la particolarità di comprendere in combinazione:

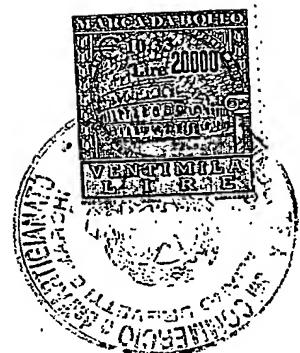
- una cella di deassorbimento in cui inserire il detto campione;
- una camera di analisi con colonna di separazione ottimizzata per la separazione dell'acetaldeide;
- un complesso di valvole per la movimentazione dei fluidi all'interno del sistema;
- un sistema di rivelazione;



- mezzi di elaborazione e controllo dei dati;
- un involucro termostatato in cui sono alloggiati i sopra indicati componenti.

L'invenzione è illustrata, a titolo puramente esemplificativo ma non limitativo nelle allegate tavole di disegno in cui:

- la fig. 1 mostra una vista schematica in prospettiva di un esempio di struttura esterna dell'analizzatore;
- la fig. 2 mostra uno schema generale del funzionamento dell'analizzatore;
- la fig. 3 mostra una vista in sezione di una forma realizzativa di una cella di deassorbimento idonea sia all'impiego con campioni di preforma, sia con il PET in altri stati.



Nel seguito si farà in particolare riferimento a realizzazioni preferite dell'invenzione in cui tali campioni sono preforme in PET; tuttavia, ciò non è da intendersi in senso limitativo, in quanto l'invenzione trova impiego anche per analisi della materia prima (granuli) o manufatti con essa prodotti (bottiglie).

Con la metodica che sta alla base della presente invenzione, la calibrazione viene eseguita attraverso l'utilizzo di una bombola di gas certificata e l'analisi viene eseguita senza preparazione alcuna della preforma. Con detta nuova metodica, o tecnica operativa, o sistema



operativo, la calibrazione viene eseguita senza preparazione alcuna della preforma. Nel caso di produzione di preforme di PET, la citata metodica di cui all'invenzione può essere adottata nei reparti di produzione del prodotto in virtù della compattezza dimensionale della struttura dell'analizzatore. Ciò consente un vantaggioso monitoraggio in linea del prodotto.

Ciò significa poter eseguire almeno una valutazione del contenuto di AA per scatola di preforma prodotta che, considerando il tempo medio di riempimento di circa 30-40 minuti, consente di avere un ampio margine di azione sulla pressa ad iniezione per poter controllare il processo agendo, se necessari, appena i valori indicano un aumento del degrado del materiale. Va poi considerato che gli impianti lavorano a ciclo continuo. In questo modo si punta ad aumentare il numero di controlli, quindi la qualità del processo, riducendo i costi analitici.

L'invenzione verrà ora descritta con riferimento ai disegni allegati che ne illustrano forme realizzativi preferite, ma non limitative.

In tutte le Figure sono stati usati gli stessi riferimenti numerici per contraddistinguere parti uguali o sostanzialmente corrispondenti.

Con riferimento alle figure 1 e 2, il procedimento operativo



di cui all'invenzione è preferibilmente attuato mediante una singola apparecchiatura alloggiata in un contenitore 50 che ospita una camera di analisi con valvole e colonna di separazione e un sistema di elaborazione dati. Sul pannello frontale sono montati una cella di estrazione o deassorbimento 1 e un visualizzatore o display grafico 52. Una tastiera 51 per i comandi è collegata all'apparecchiatura, come pure una stampante (non mostrata) per fornire una copia su carta del risultato dell'analisi.

Lo schema di Fig. 2, illustra più in dettaglio le componenti ed il funzionamento del sistema. Tale sistema comprende una cella 1 di estrazione dell'acetaldeide, collegabile ad una colonna gascromatografica 16 in grado di separare i composti volatili presenti nel campione da analizzare (preforma). La colonna 16 è collegata ad un sistema di rivelazione 17, ad un "loop" di campionamento 9 e ad una unità centrale di elaborazione e controllo 19. Sono distinguibili quattro fasi:

- fase 1 (lavaggio): chiuse le valvole 32 e 36, le valvole 30 e 31 sono aperte consentendo l'entrata di aria 21 che fluisce nella cella 1 per poi uscire in posizione 20;
- fase 2 (incubazione e riscaldamento campione): chiuse le valvole 30,31,32 e 36 il campione viene



mantenuto in atmosfera chiusa per un tempo prefissato;

- fase 3 (pressurizzazione): chiuse le valvole 30, 32 e 36, si crea una pressione nella cella 1 controllata dal dispositivo 15;
- fase 4 (carico del loop): chiuse le valvole 30, 31, 34, 35 e 36 si ha una depressurizzazione della cella 1 con carico del loop 9;
- Fase 5 (analisi): chiuse le valvole 32 e 33 si convoglia con gas di trasporto 23, attraverso la valvola 34, il contenuto del loop 9 attraverso la valvola 35, per farlo giungere alla colonna 16 e poi al rivelatore 17.

Le varie fasi del ciclo, le commutazioni delle valvole, nonchè le altre operazioni (quali integrazioni, visualizzazione del cromatogramma, memorizzazione dei dati, ecc.) vengono gestite dall'unità 19, preferibilmente costituita da un PC interno all'analizzatore.

Le valvole 32, 33, 34 e 35 rappresentano una "valvola di campionamento automatica" con volumi ridotti, in grado di campionare pochi microlitri di campione direttamente nella colonna gascromatografica senza ricorrere a tecniche particolari di splittaggio del campione, eliminando così gli errori di analisi insiti in tale tecnica.

Con riferimento alla Fig. 3, la cella di deassorbimento è



formata da un volume 31 di forma sostanzialmente cilindrica, da un blocco 32 riscaldato e adeguatamente coibentato, e da una ghiera di chiusura ermetica 33. Un condotto 35, collegato alla valvola 30 del raccordo 20 di lavaggio sbocca nella parte avanzata della sede, mentre all'estremità interna della sede è previsto il condotto 34. La cella 31 può accogliere i campioni di preforme di lunghezza e larghezza diverse. Dopo l'inserimento nella cella di una preforma, la ghiera di chiusura 33 garantisce l'ermeticità del sistema di estrazione.

Il ciclo di analisi del sistema secondo l'invenzione avviene nel seguente modo. Viene inizialmente eseguito un ciclo di calibrazione in cui viene inserita nella cella 1 di deassorbimento una miscela a concentrazione nota con una siringa, attraverso uno specifico setto perforabile. La calibrazione può anche essere eseguita con uno standard di riferimento, collegando ad opportuno raccordo 24, una bombola contenente azoto con una concentrazione nota di acetaldeide. L'operatore inserisce il campione nella camera 1 e avvia il sistema di analisi, che si evolve secondo le cinque fasi già sopra riportate (lavaggio, incubazione, riscaldamento, pressurizzazione, caricamento loop, analisi). Durante tale ciclo la pressione parziale viene misurata e monitorata tramite il dispositivo





quantità di acqua e di acetaldeide che viene deassorbita. Il monitoraggio del valore di pressione parziale, consente di convalidare successivamente i risultati dell'analisi verificando che tale valore sia rimasto sempre al di sotto del valore di pressione impostato per il ciclo di pressurizzazione del campione. Al termine del ciclo di analisi si ottiene la separazione dei diversi composti, la stampa grafica e il bollettino di analisi. Al termine del ciclo di analisi il sistema ritorna nelle condizioni di stand-by.

Benchè l'invenzione sia stata illustrata con riferimento a costruzioni preferite, essa è in generale suscettibile di altre applicazioni e modifiche, che si intendono comprese nell'ambito protettivo come risulterà evidente al tecnico del settore. Vantaggiosamente, l'invenzione così definita consente di non richiedere l'utilizzo di personale altamente qualificato. Consente inoltre di eliminare i tempi di manipolazione e preparazione da eseguire sui campioni da analizzare. Consente inoltre di produrre risultati comparabili a quelli ottenibili in laboratorio tramite le note procedure; e ciò, con tempi di analisi notevolmente ridotti e con risultati più sicuri, perchè meno soggetti all'errore umano. Consente infine di non richiedere alcun trattamento del campione.

DR. ING. GIOEDO LUKSCH  
N. 232 ALBI MANDATARI AGITATI

(per sé e per gli altri)



RIVENDICAZIONI

Prot. BG.2002A 000011



- 1) Analizzatore per l'estrazione e la determinazione automatica del contenuto di acetaldeide, particolarmente in campioni di preforma di PET, caratterizzato dal fatto di comprendere in combinazione:
  - una cella di deassorbimento (1) in cui inserire il detto campione;
  - una camera di analisi con colonna di separazione (16) ottimizzata per la separazione dell'acetaldeide;
  - un complesso di valvole per la movimentazione dei fluidi all'interno del sistema;
  - un sistema di rivelazione;
  - mezzi di elaborazione e controllo dei dati;
  - un involucro termostatato in cui sono alloggiati i sopra indicati componenti.
- 2) Analizzatore, secondo la rivendicazione 1, caratterizzato dal fatto di comprendere un visualizzatore (52), una tastiera (51) per i comandi e mezzi per fornire una copia su carta del risultato dell'analisi.
- 3) Analizzatore, secondo la rivendicazione 1 o 2, caratterizzato dal fatto che il complesso di valvole consente la possibilità di monitorare la pressione parziale durante la fase di desorbimento.



- 4) Analizzatore, come alle rivendicazioni precedenti, caratterizzato dal fatto che consente alla calibrazione di avvenire mediante bombola o mediante iniezione di miscela standard.
- 5) Analizzatore, come alle rivendicazioni precedenti, caratterizzato da un lavaggio automatico durante stand-by rispetto all'ambiente;
- 6) Procedimento operativo di analisi attuato dall'analizzatore di cui alle rivendicazioni precedenti.

DR. ING. GIORGIO LUNSER  
N. 232 480 BANDATARI ABILITATI

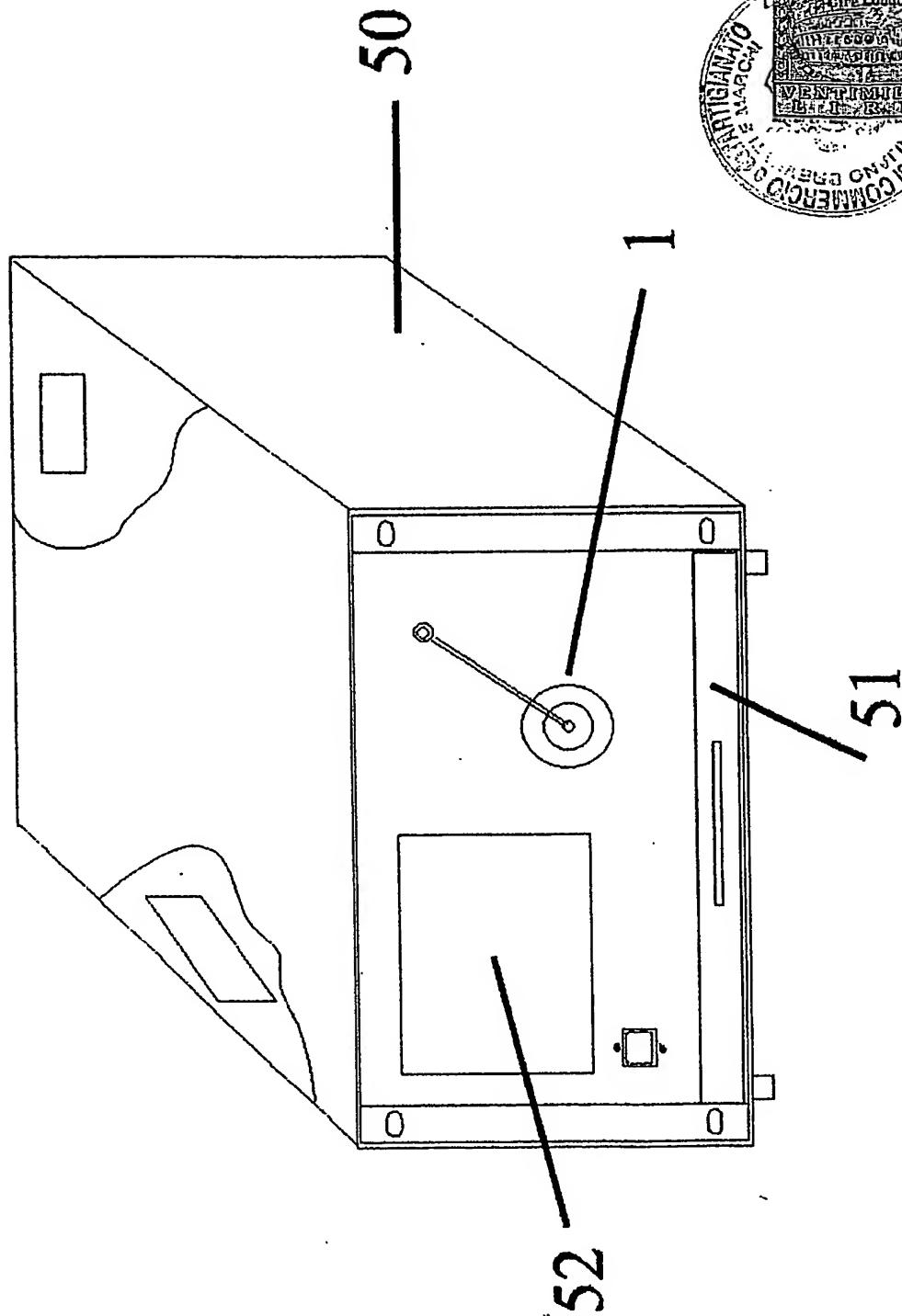
  
Tutor sà o per gli altri)



Prot. BG. 2002A 0000 11.



FIG. 1

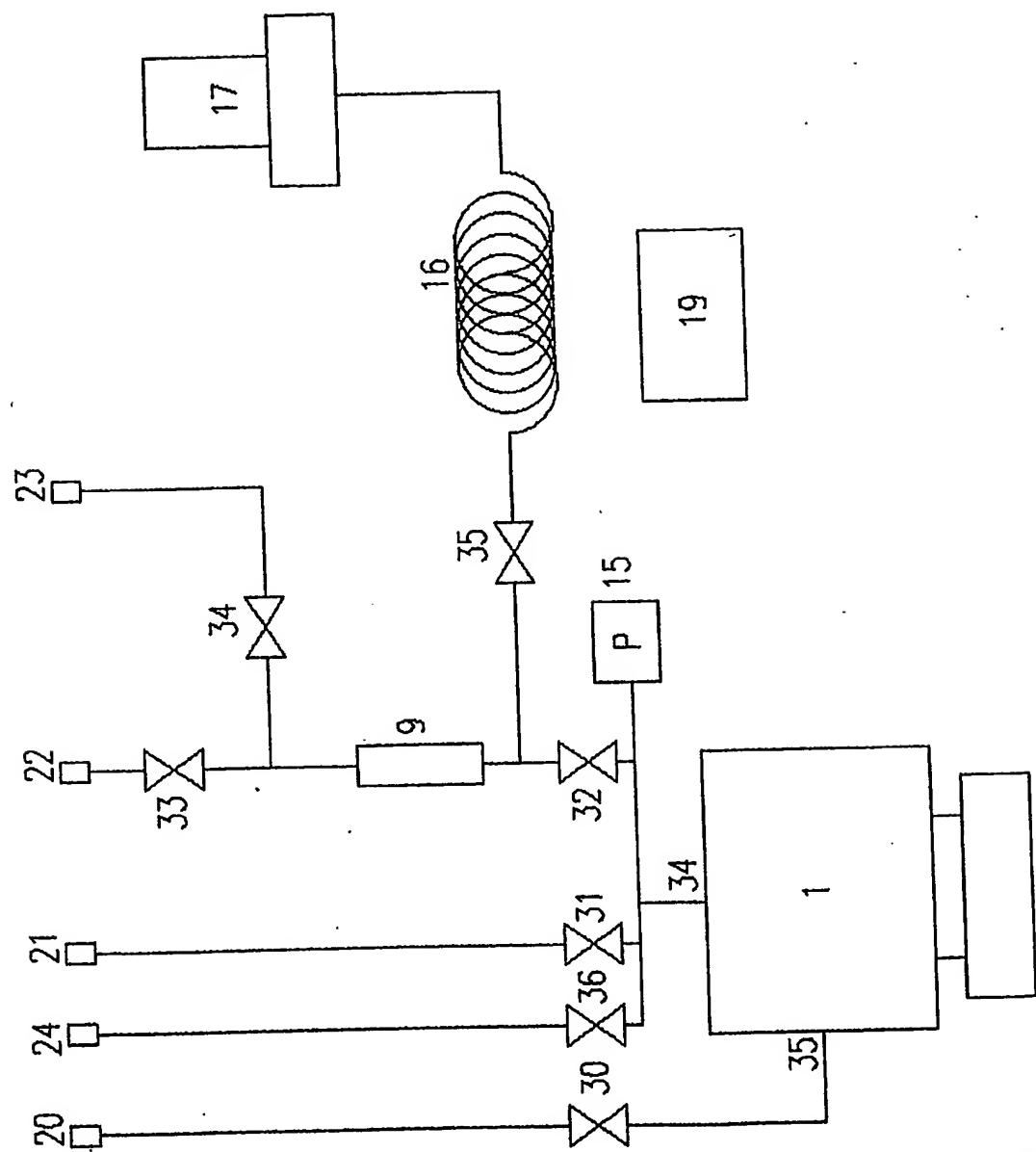


DR. ING. G. ...  
N. 232 ALDO ... 0000 11

*[Signature]*  
(per sé e per gli altri)

Prot. BG. 2002A 000011

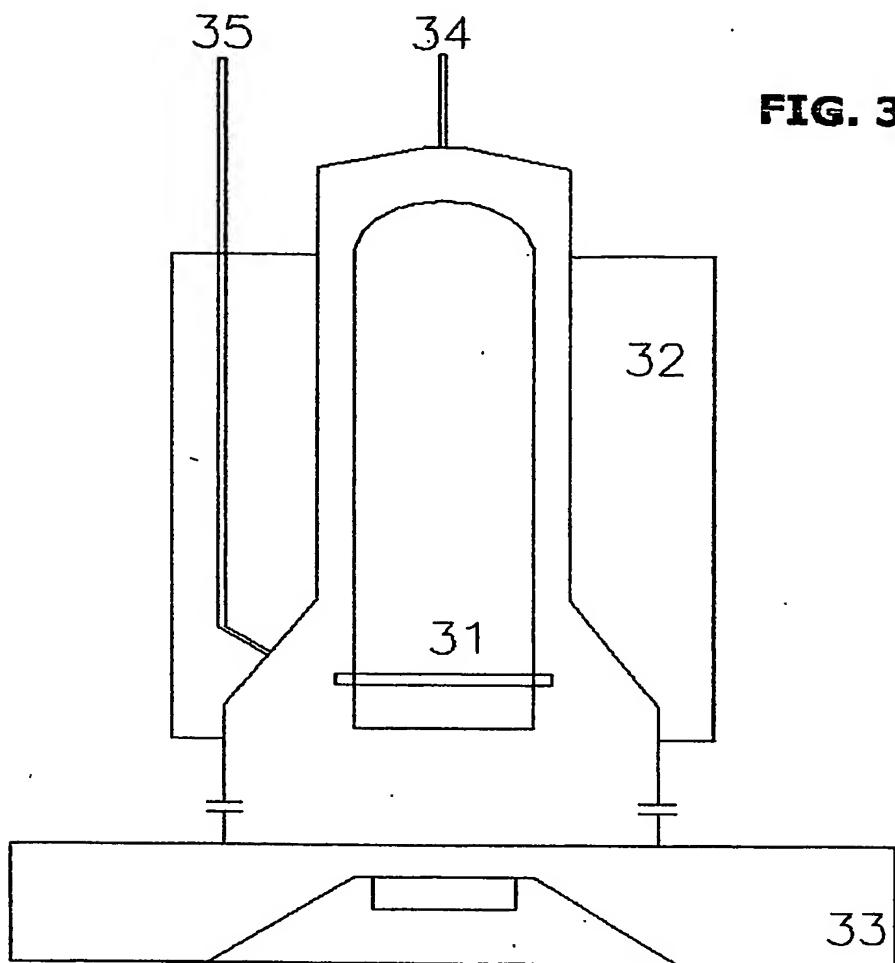
FIG. 2



DR. ING. S. GOREGIA LUKSCH  
N. 2-3-2 ALBO MANDATARI ABILITATI

Signatutto  
(per sé e per gli altri)

Prot. BG.2002A 000011



**FIG. 3**



DR. ING. GIORGIO LUKSCH  
N. 2512 ALDO MANDATARI ABILITATO  
*Signatur*  
per sé e per gli altri